

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

REC'D 21 MAY 2004

WIPO PCT

21.4.2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年 4月21日
Date of Application:

出願番号 特願2003-116290
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP2003-116290]

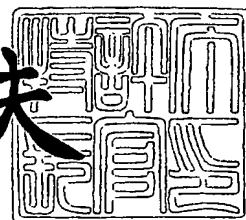
出願人 昭和電工株式会社
Applicant(s):

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 3月31日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 11H150152

【提出日】 平成15年 4月21日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 G11B 5/667
G11B 5/65

【発明者】

【住所又は居所】 栃木県小山市犬塚 1 丁目 4 8 0 番地 昭和電工株式会社
小山事業所内

【氏名】 大森 将弘

【特許出願人】

【識別番号】 000002004

【氏名又は名称】 昭和電工株式会社

【代理人】

【識別番号】 100082669

【弁理士】

【氏名又は名称】 福田 賢三

【選任した代理人】

【識別番号】 100095337

【弁理士】

【氏名又は名称】 福田 伸一

【選任した代理人】

【識別番号】 100061642

【弁理士】

【氏名又は名称】 福田 武通

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 086277

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9006411

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 垂直磁気記録媒体用基板およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 基板素材上にリンを含有するコバルト合金無電解メッキ膜を設けてなるとともに、そのコバルト合金無電解メッキ膜の表面粗さ R_a が、 $0.05\text{ nm} \sim 1\text{ nm}$ の範囲内である、

ことを特徴とする垂直磁気記録媒体用基板。

【請求項 2】 前記コバルト合金無電解メッキ膜表面上の直径が 5 nm 以上、深さが 7 nm 以上の欠陥が、面当たり 5 個より少ない、請求項 1 に記載の垂直磁気記録媒体用基板。

【請求項 3】 前記コバルト合金無電解メッキ膜表面上の直径が 5 nm 以上、高さが 7 nm 以上の突起が、面当たり 5 個より少ない、請求項 1 に記載の垂直磁気記録媒体用基板。

【請求項 4】 前記コバルト合金無電解メッキ膜中のリンの含有量が、 $3\text{ 質量}\% \sim 15\text{ 質量}\%$ の範囲内である、請求項 1 から 3 の何れか 1 項に記載の垂直磁気記録媒体用基板。

【請求項 5】 前記コバルト合金無電解メッキ膜の膜厚が、 $0.1\text{ }\mu\text{ m} \sim 5\text{ }\mu\text{ m}$ の範囲内である、請求項 1 から 4 の何れか 1 項に記載の垂直磁気記録媒体用基板。

【請求項 6】 基板素材上に、リンを含有するコバルト合金無電解メッキ膜を形成するメッキ膜形成工程と、

前記メッキ膜形成工程の後に表面を研磨する研磨工程とを含む、

ことを特徴とする垂直磁気記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 7】 前記研磨工程により、コバルト合金無電解メッキ膜を $0.15\text{ }\mu\text{ m} \sim 10\text{ }\mu\text{ m}$ の範囲内で除去し、当該コバルト合金無電解メッキ膜の膜厚を $0.1\text{ }\mu\text{ m} \sim 5\text{ }\mu\text{ m}$ の範囲内とする、請求項 6 に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 8】 前記研磨工程で用いる研磨液が、水と砥粒と含有し、さらに酸化剤、キレート剤、 pH 調節剤の内の少なくとも 1 種以上を含有する、請求項 6

または 7 に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 9】 前記研磨液の pH が 3 ～ 9.5 の範囲内である、請求項 8 に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 10】 前記研磨液中の砥粒濃度が、1 質量% ～ 30 質量% の範囲内である、請求項 8 または 9 に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 11】 前記研磨液に含有させる砥粒として、平均粒子径 (D50) が 20 nm 以下の SiO₂ を用いる、請求項 8 から 10 の何れか 1 項に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 12】 前記研磨液に含有させる酸化剤として、過酸化水素を用いる、請求項 8 から 11 の何れか 1 項に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 13】 前記研磨液に含有させるキレート剤は、EDTA、クエン酸、コハク酸の内の少なくとも 1 種以上を含む、請求項 8 から 12 の何れか 1 項に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 14】 前記研磨液に含有させる pH 調整剤が、アンモニア水、水溶性有機酸、もしくはそれらの塩の内の少なくとも 1 種以上を含む、請求項 8 から 13 の何れか 1 項に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、いわゆるハードディスクに用いられる垂直磁気記録媒体用基板ならびにその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

コンピュータに代表される電子情報機器にはその外部記憶装置としていわゆる、ハードディスクと称される固定式の磁気記録装置（磁気ディスク装置）が用いられている。一般に、この固定式磁気記録装置の記録媒体（磁気記録媒体）としては、アルミニウムやガラス、シリコンなどが素材基板として用いられ、その表面に必要な応じて種々の膜を順次形成し製造されている。アルミニウム基板を用いた磁気記録媒体の場合、通常、素材アルミニウムの研削による平滑化、表面清

浄化、亜鉛置換処理、無電解Ni-P合金膜形成、表面研磨の各工程を経た後、非磁性金属下地膜、磁性膜、保護膜、潤滑膜を順に形成して製造される。

【0003】

上記のアルミニウム基板の例で言えば、磁気記録媒体用基板とはアルミニウムの素材基板にNi-P合金膜を成膜後に表面研磨工程を経て平滑化された基板のことを指す（例えば、特許文献1参照。）。

【0004】

【特許文献1】

特開2001-209925号公報

【0005】

近年、電子情報機器の高性能化に伴い記録密度の向上が機器製造業界の急務となっている。ハードディスクにおいてもその例外ではない。この課題を解決する方法として記録方式の変更が検討されている。これまで面内記録方式であったものを垂直記録方式へ変更しようとするものである。

【0006】

垂直磁気記録方式では、幾つかの方式が提案されているが、垂直磁気記録層の下に高飽和磁束密度を有する軟磁性膜を付与した重畳型媒体と、単磁極ヘッドとを用いる方式が優れているとされている。アルミニウム基板を用いた垂直磁気記録媒体用基板の例で言えば、Ni-P合金膜の次に軟磁性膜を形成したものが用いられる。

【0007】

上述した軟磁性膜には、高透磁率かつ高飽和磁束密度のものが好ましいが、例えば、軟磁性膜としてNiFeをスパッタ法で成膜する技術が開示されている（例えば、特許文献2参照。）。

【0008】

【特許文献2】

特許2911050号

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

ところで、上記のスパッタ法より安価な方法であるメッキ法（電解メッキ、無電解メッキ）により軟磁性層を形成しようとする試みもなされている。この方法の場合、メッキ法による膜はスパッタ法に比べ表面の平滑性が低く、研磨工程が必須であったが、これまで最適な研磨方法が確立していないという状況にあった（例えば、特許文献3参照。）。

【0010】

【特許文献3】

特開平10-158869号公報

【0011】

さらに、垂直磁気記録方式ではヘッドの上昇値（グライドハイト）が小さいので、磁気記録媒体用基板としてはこれまでにないほどの表面平滑性が求められていた。

【0012】

本発明は、上記事情に鑑みなされたものであり、メッキ法であっても表面が高度に平滑化され、記録密度も高めることができる垂直磁気記録媒体用基板およびその製造方法を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】

上記の目的を達成するために、本発明は以下の構成を採用した。

【0014】

（1）垂直磁気記録媒体用基板であって、基板素材上にリンを含有するコバルト合金無電解メッキ膜を設けてなるとともに、そのコバルト合金無電解メッキ膜の表面粗さ R_a が、 $0.05\text{ nm} \sim 1\text{ nm}$ の範囲内である、ことを特徴としている。

【0015】

（2）（1）に記載の垂直磁気記録媒体用基板において、前記コバルト合金無電解メッキ膜表面上の直径が 5 nm 以上、深さが 7 nm 以上の欠陥が、面当たり5個より少ない、ことを特徴としている。

【0016】

(3) (1) に記載の垂直磁気記録媒体用基板において、前記コバルト合金無電解メッキ膜表面上の直径が 5 nm 以上、高さが 7 nm 以上の突起が、面当たり 5 個より少ない、ことを特徴としている。

【0017】

(4) (1) 乃至 (3) のいずれか 1 項に記載の垂直磁気記録媒体用基板において、前記コバルト合金無電解メッキ膜中のリンの含有量が、3 質量%～15 質量%の範囲内である、ことを特徴としている。

【0018】

(5) (1) 乃至 (4) のいずれか 1 項に記載の垂直磁気記録媒体用基板において、前記コバルト合金無電解メッキ膜の膜厚が、0.1 μm ～5 μm の範囲内である、ことを特徴としている。

【0019】

(6) 垂直磁気記録媒体用基板の製造方法であって、基板素材上に、リンを含有するコバルト合金無電解メッキ膜を形成するメッキ膜形成工程と、前記メッキ膜形成工程の後に表面を研磨する研磨工程とを含む、ことを特徴としている。

【0020】

(7) (6) に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法において、前記研磨工程により、コバルト合金無電解メッキ膜を 0.15 μm ～10 μm の範囲内で除去し、当該コバルト合金無電解メッキ膜の膜厚を 0.1 μm ～5 μm の範囲内とする、ことを特徴としている。

【0021】

(8) (6) または (7) に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法において、前記研磨工程で用いる研磨液が、水と砥粒と含有し、さらに酸化剤、キレート剤、pH 調節剤の内の少なくとも 1 種以上を含有する、ことを特徴としている。

【0022】

(9) (8) に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法において、前記研磨液の pH が 3～9.5 の範囲内である、ことを特徴としている。

【0023】

(10) (8) または (9) に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法において、前記研磨液中の砥粒濃度が、1 質量%～30 質量%の範囲内である、ことを特徴としている。

【0024】

(11) (8) から (10) のいずれか1 項に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法において、前記研磨液に含有させる砥粒として、平均粒子径 (D50) が20 nm以下のSiO₂を用いる、ことを特徴としている。

【0025】

(12) (8) から (11) のいずれか1 項に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法において、前記研磨液に含有させる酸化剤として、過酸化水素を用いる、ことを特徴としている。

【0026】

(13) (8) から (12) のいずれか1 項に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法において、前記研磨液に含有させるキレート剤は、EDTA、クエン酸、コハク酸の内の少なくとも1 種以上を含む、ことを特徴としている。

【0027】

(14) (8) から (13) のいずれか1 項に記載の垂直磁気記録媒体用基板の製造方法において、前記研磨液に含有させるpH調整剤が、アンモニア水、水溶性有機酸、もしくはそれらの塩の内の少なくとも1 種以上を含む、ことを特徴としている。

【0028】

【発明の実施の形態】

以下、本発明につきさらに詳しく説明する。

【0029】

本発明に用いることのできる基板素材としては、アルミニウム、ガラス、シリコンなどが好適であり、これ以外についても特に制約はない。しかし、リン含有コバルト合金無電解メッキ膜を成膜させるためには、それぞれの基板素材に下地膜処理を施す必要がある。例えば、素材がアルミニウムの場合であれば、亜鉛の置換処理等が必要であるし、ガラスであればPd/Sn処理等が必要である。

【0030】

本発明に用いるリン含有コバルト合金無電解メッキ膜は、通常のメッキ膜とは異なり磁壁を有しない特殊なものであるのが好ましい。一般的には、磁性を有する薄膜であれば必ず磁壁があるが、本発明においては、磁壁が認められないものを用いることにより特に好ましい特性が得られる。

【0031】

そのためには、無電解メッキ法でリンが含有された膜とするのが好ましい。リンを含有するコバルト合金膜を無電解メッキ法で形成すると、粒子が微細化され磁壁が観察されなくなるためである。なお、電解メッキ法ではリンを含有させることが困難であり、スパッタ法でも同様である。また、リン含有コバルト合金無電解メッキ膜には、高い飽和磁束密度が求められる。飽和磁束密度の好ましい範囲としては、0.5 T～2 Tの範囲内である。この飽和磁束密度を得るために、コバルト以外の磁性金属を含有させることが好ましい。添加できる金属の具体的な例としてはFe、Ni、Cr、Mn、Znなどである。また、これらの金属の含有量は最大で20質量%とするのが好ましい。

【0032】

本発明である垂直磁気記録媒体用基板のRaは0.05 nm以上1 nm以下であることが好ましい。より好ましくは0.5 nm以下である。Raが1 nmより大きくなると、垂直磁気記録媒体の製造工程で成膜される磁気記録層のRaも大きくなり、実際の磁気記録時に記録ヘッドの走行が不安定となり好ましくない。

【0033】

本発明であるリン含有コバルト合金無電解メッキ膜中に存在する直径5 nm以上、深さあるいは高さが7 nm以上の欠陥もしくは突起の個数は、垂直磁気記録媒体用基板1枚（片面）当たり5個より少ないことが好ましい。さらに好ましいのは3個以下である。5個以上であると欠陥の場合記録領域の欠如となり、1枚当たりの記憶容量が低下するので好ましくない。また、突起の場合ヘッドがクラッシュし、装置が破壊される恐れがあるので好ましくない。

【0034】

本発明であるリン含有コバルト合金無電解メッキの膜厚は0.1 μ m以上5 μ m

m以下であることが好ましい。0.1 μ m以下であると実際の記録時に軟磁性層として機能しなくなり、書き込みが出来なくなるので好ましくなく、5 μ m以上では特性が大きく変化しないので経済的に好ましくない。また、このリン含有コバルト合金の研磨量は0.15 μ m以上10 μ m以下が好ましい。研磨量0.15 μ m以下であると、所望の表面平滑性が得られず垂直磁気記録媒体用基板として用いることが出来ないし、研磨量10 μ m以上であると高価なコバルト合金膜を研磨廃棄することとなり経済的に好ましくない。

【0035】

本発明であるリン含有コバルト合金無電解メッキ膜中のリン含有量は3質量%以上15質量%以下であることが好ましい。5質量%以上10質量%以下であればより好ましい。リン含有量が15質量%以上になると、膜の飽和磁束密度が低がるので軟磁性層としての機能が低下し記録時に書き込みが出来なくなる。一方、リン含有量が3質量%以下となると、膜の耐食性が低下し空气中で容易に酸化してしまうので好ましくない。

【0036】

本発明に用いることのできる研磨液のpHは3以上9.5以下が好ましい。pHが3以下、9.5以上であるとリン含有コバルト無電解メッキ膜が短時間で化学的に溶解してしまうので好ましくない。また研磨液に含まれる砥粒としては、アルミナ、コロイダルシリカなどが好ましく、特に好ましくはシリカを用いる。その濃度は2質量%以上20質量%以下であることが好ましい。濃度が2質量%以下の場合は、研磨が十分に行われなくなるので好ましくない。一方、20質量%以上になると研磨物の排出性が低下するので好ましくない。

【0037】

さらに、上記研磨液には、種々の添加剤を添加することが好ましい。添加剤としては、酸化剤、キレート剤、界面活性剤、有機溶媒、pH調整剤などである。好ましい酸化剤としては過酸化水素、キレート剤としてはEDTA、界面活性剤としては、ドデシル四級アンモニウム塩等のカチオン系、ポリオキシエチレンラウリルアミン等のノニオン系、アルキルグリシン系型などの両性界面活性剤、有機溶媒としては、メタノール等のアルコール類、エチレングリコールモノエチル

エーテルなどのエーテル類、pH調節剤としては、クエン酸などの有機酸やアンモニアなど、および上記の塩を用いることが出来る。また、これらの添加量については研磨状況に応じて最適化することが好ましい。

【0038】

以下、実施例と比較例を示して本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。

【0039】

(リン含有コバルト合金無電解メッキ) アルミニウムにNi-Pメッキが施されたサブストレートを用いて、酸洗浄、水洗処理後、引続きリン含有コバルト合金無電解メッキを行った。この時のメッキ液の組成および条件を表1に示す。分析の結果からリン含有コバルト合金無電解メッキ膜中のリン濃度は7質量%であった。また、リン含有コバルト合金無電解メッキ膜の膜厚は1.5 μm とした。

【0040】

【表1】

メッキ液組成	
次亜リン酸	0.2 mol/dm ³
C ₃ H ₄ (OH) (COONa) ₃	0.1 mol/dm ³
C ₂ H ₂ (OH) ₂ (COONa) ₂	0.15 mol/dm ³
(NH ₄) ₂ SO ₄	0.5 mol/dm ³
FeSO ₄ · 7H ₂ O	0.002 mol/dm ³
NiSO ₄ · 6H ₂ O	0.01 mol/dm ³
CoSO ₄ · 7H ₂ O	0.04 mol/dm ³
浴温度 [°C]	90
pH	9 (NaOHにて調整)

【0041】

次に研磨液を以下の通りにして作成した。

【0042】

(研磨液) コロイダルシリカ (平均粒子径 (D50) $0.02\ \mu\text{m}$ 、日本アエロジル社製)、pH調整剤、過酸化水素と水を用いることで表2に示した研磨液を作成した。この際、pH調整剤にはクエン酸およびアンモニアを用いた。尚、過酸化水素の濃度は $100\ \text{g/l}$ とした。

【0043】

(実施例、比較例) リン含有コバルト合金無電解メッキ膜を成膜したアルミニウムサブストレートについて、表2に示した研磨液を軽度攪拌した後の上澄み液による研磨試験を以下の条件にて実施した。

【0044】

【表2】

研磨液中砥粒濃度	pH	適応
10質量%	4.5	実施例1
17質量%	7.5	実施例2
6 質量%	9.0	実施例3
1 質量%	11.5	比較例1
1 質量%	7.5	比較例2
13質量%	2.2	比較例3

【0045】

(研磨条件) サブストレート: 2.5インチハードディスク用アルミニウムにリン含有コバルト合金無電解メッキ膜が成膜されたもの。 研磨機: 両面研磨機 (5枚/バッチ) パッド: ポリウレタン系パッド 研磨時間: 5分 研磨時面圧: $50\ \text{g/cm}^2$ 研磨剤供給量: $30\ \text{ml/分}$

【0046】

(評価方法) 表面粗さRaはVecco製、表面粗さ測定機TMS2000により測定した。また、表面の欠陥、突起は日立エンジニアリング製、ディスク表面欠陥検査装置RS-1350にて計測した。結果を表3に示す。尚、表面粗さ及び、欠陥と突起の測定値は同一条件で研磨された異なる基板を10枚測定して平均したものである。

【0047】

【表 3】

	研磨量 (μm)	表面粗さ Ra (nm)	欠陥+突起個数(個/面)
実施例 1	0.80	0.22	1.8
実施例 2	0.20	0.57	3.8
実施例 3	0.60	0.13	2.7
比較例 1	1.5 以上	計測不可	計測不可
比較例 2	0.05	1.68	300
比較例 3	1.5 以上	計測不可	計測不可

【0048】

表 3 から明らかなように、実施例は比較例に比べてメッキ膜表面の平滑性（表面粗さ、ピット+突起個数）ともに優れている。尚、比較例 1 と 3 は研磨液によりリン含有コバルト合金メッキ膜が全て溶解していたので測定が不可能であった。

【0049】

【発明の効果】

本発明によれば、表面欠陥や突起のない表面平滑性の高いリン含有コバルト合金無電解メッキ膜を有する垂直磁気記録媒体用基板を提供することが可能となり、記録密度の高い磁気記録媒体を製造することが可能となった。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 メッキ法であっても表面が高度に平滑化され、記録密度も高めることができるようにする。

【解決手段】 垂直磁気記録媒体用基板であって、基板素材上にリンを含有するコバルト合金無電解メッキ膜を設けてなるとともに、そのコバルト合金無電解メッキ膜の表面粗さ R_a が、 $0.05\text{ nm} \sim 1\text{ nm}$ の範囲内である、ことを特徴としている。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 3 - 1 1 6 2 9 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 2 0 0 4]

1. 変更年月日	1 9 9 0 年 8 月 2 7 日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都港区芝大門 1 丁目 1 3 番 9 号
氏 名	昭和電工株式会社